

<p>26921 K/11 B05 E11 MOSC FOOD IND TECHN 15.08.80-SU-004556 (07.05.82) C071-09/09 Prepn. of higher fatty acid phosphorylated glyceride - by heating fatty acid glyceride with phosphorus pentoxide, adding water and neutralising with ammonia gas</p>	<p>MOFO 15.08.80 *SU-925-961 B(5-B1P)E(5-G9D) 1</p>
<p>C83-026382</p> <p>Phosphorylated glycerides of higher fatty acids are obtd. by heating higher fatty acids glycerides with P₂O₅, followed by neutralisation of the reaction mixt. with NH₃. The process is simplified by heating higher fatty acid glycerides (I) with P₂O₅ at 80-85 deg. C, followed by addn. of H₂O at a rate maintaining the temp. of reaction mixt. at 106-120 deg. C. The ratio of (I):P₂O₅:H₂O is 1:(0.6-0.8):(0.6-0.8). The prods. are used in the food, cosmetics, medicine, and textile industries. (2pp)</p> <p>Example 63.04g mixt. congs. 80% dl-, 6% mono-, 9% triglycerides and 6% free oleic acid is treated with 8.34g P₂O₅ and heated with stirring to 86 deg. C. At this temp., 1.1 ml H₂O is added slowly maintaining the temp. at 106-110 deg. C, the mixt. is held for 1 hr., cooled to 60 deg. C, and neutralised with gaseous NH₃ to pH 8.8. Organic phosphates are sepd. by centrifuging. The yield of dense liq. is 67.66g (96%). Bul. 17/7.5.82</p>	<p>1 90</p>



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 925961

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 15.08.80 (21) 3004556/23-04

с присоединением заявки № -

(51) М. Кл.

С 07 F 9/09

(23) Приоритет -

Опубликовано 07.05.82. Бюллетень № 17

Дата опубликования описания 07.05.82

(53) УДК 547.26
118.07
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Д. А. Чернышева, А. А. Кочеткова, Е. Ю. Фишелевич,
А. П. Нечаев и С. М. Габриелян

(71) Заявитель

Московский ордена Трудового Красного Знамени технологический
институт пищевой промышленности

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФОРИЛИРОВАННЫХ ГЛИЦЕРИДОВ ВЫСШИХ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

1

Изобретение относится к химии фосфорорганических соединений, а именно к усовершенствованному способу получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот, используемых в пищевой и косметической отраслях промышленности, медицине и текстильной промышленности.

Известен способ получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот, который заключается в том, что смесь глицеридов высших жирных кислот C_8-C_{30} (преимущественно $C_{12}-C_{20}$), состоящую из 18-27% мас. % моноглицеридов, 78-72 мас. % диглицеридов и 4-1 мас. % триглицеридов, нагревают до 40-150°C, постепенно при перемешивании добавляют дисперсию фосфорного ангидрида (P_2O_5) в триглицеридах, или лецитине (соотношение P_2O_5 : триглицериды 1:0,5 - 20,0, лучше 1:0,8 - 4,0, по массе). Реакционную массу (соотношение исходные глицериды: P_2O_5 1:0,05 - 1,5, преимущественно 1:0,3 - 0,5 моль) пе-

2

ремешивают при той же температуре 5-6 ч, нейтрализуют аммиаком и получают продукт, содержащий 3,1-4,3% связанного фосфора [1].

Недостатками этого способа являются необходимость дополнительной технологической операции - приготовления дисперсии P_2O_5 в триглицеридах или лецитине и большая длительность процесса (5-6 ч).

Наиболее близок к предложенному по технической сущности и достигаемым результатам способ получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот $C_{12}-C_{20}$, заключающийся в том, что глицериды нагревают до 70-120°C и при перемешивании через специальное дозирующее устройство постепенно порциями добавляют пятиокись фосфора в количестве 5-25% к массе глицеридов (мольное соотношение глицеридов и пятиокиси фосфора 1:0,2-1,0). Реакцию ведут при этой же температуре 0,5-4 ч, после чего продукт фильтруют. Получают фосфорилированные диглицериды в кислой форме, кислотное число 90-

108 мг КОН, содержание фосфора до 4,5%. При необходимости их нейтрализуют аммиаком [2].

Недостатками этого способа являются необходимость постепенной загрузки фосфорного ангидрида через специальное устройство, ненадежность способа, так как содержание фосфора в целевом продукте колеблется. Кроме того, при загрузке фосфорного ангидрида образуются комки, затрудняющие его диспергирование.

Цель изобретения — упрощение процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот путем обработки глицеридов пятиокисью фосфора при нагревании с последующей нейтрализацией реакционной смеси аммиаком реакционную смесь нагревают до 80–85°C, затем вводят воду со скоростью обеспечивающей поддержание температуры реакции 105–120°C, и процесс проводят при мольном соотношении глицеридов, пятиокиси фосфора и воды 1:0,6–0,8:0,6–0,8.

Пример 1. В трехгорлую колбу с мешалкой, термометром и капельной воронкой помещают расплавленную при 30°C смесь глицеридов технической олеиновой кислоты, содержащую 80% диглицеридов, 6% моноглицеридов, 9% триглицеридов и 5% свободных жирных кислот, в количестве 63,04 г (0,1 моль моно- и диглицеридов), загружают при интенсивном перемешивании в один прием 8,34 г (0,06 моль) пятиокиси фосфора и быстро нагревают реакционную массу до 85°C. По достижении указанной температуры из делительной воронки постепенно приливают 1,1 мл (0,06 моль) воды с такой скоростью, чтобы температура реакционной массы поддерживалась в интервале 105–110°C. При этой температуре реакционную смесь выдерживают в течение 1 ч, затем ок-

лаживают до 50°C и нейтрализуют газобезразным аммиаком. Аммиак подают с такой скоростью, чтобы газ почти полностью поглощался. При этом наблюдается слабое пробуккивание газа в контрольной склянке. Процесс контролируют по pH реакционной массы, значение которого в конце нейтрализации должно составлять 6,8 (по бромкрезоловому пурпурному). По окончании нейтрализации реакционную массу при 50°C центрифугируют для отделения неорганических фосфатов. Получают 67,56 г продукта, представляющего собой вязкую жидкость коричневого цвета с т. пл. 12°C. Выход технического продукта 96%. Содержание фосфоглицеридной фракции 80%.

Пример 2. Опыт проводят аналогично примеру 1, но вместо смеси глицеридов олеиновой кислоты используют аналогичную по составу смесь глицеридов стеариновой кислоты (в количестве 62,44 г), предварительно расплавленную при 70°C. После завершения синтеза и обработки реакционной массы, которую осуществляют при 70°C, получают 67,95 г воскообразного продукта светло-кремового цвета с т. пл. 65°C. Выход технического продукта 96%. Содержание фосфоглицеридной фракции 82%.

Пример 3. Опыт проводят аналогично примеру 1, но вместо смеси глицеридов олеиновой кислоты используют аналогичную по составу смесь глицеридов кислот соевого масла (в количестве 69,11 г), предварительно расплавленную при 65°C. После завершения синтеза и обработки реакционной массы при 65°C получают 74,06 г продукта коричневого цвета с т. пл. 49°C. Выход технического продукта 96,5%. Содержание фосфоглицеридной фракции 80,6%.

Результаты опытов по выбору оптимальных условий синтеза представлены в таблице.

Соотношение диглицериды олеиновой кислоты: $P_2O_5 : H_2O$, моль	Температура загрузки, °C		Температура синтеза, °C	Продолжительность фосфорилирования, ч	Содержание фосфоглицеридной фракции в продукте синтеза, %
	P_2O_5	H_2O			
1,0:0,6:0,6	30	80	110	1,0	80,0
1,0:0,8:0,8	30	80	110	1,0	85,0
1,0:0,7:0,7	30	80	120	0,5	83,0

Предложенный способ позволяет упростить процесс получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот за счет добавления в реакционную смесь воды при температуре 80–85°C, благодаря чему создается возможность однократного введения фосфорного ангидрида в процесс и повышается надежность способа.

смеси аммиаком, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, реакционную смесь нагревают до 80–85°C, затем вводят воду со скоростью, обеспечивающей поддержание температуры реакции 105–120°C, и процесс проводят при мольном соотношении глицеридов, пятиокси фосфора и воды, равном 1:0,6–0,8:0,6–0,8.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения фосфорилированных глицеридов высших жирных кислот путем обработки глицеридов высших жирных кислот пятиокисью фосфора при нагревании с последующей нейтрализацией реакционной

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент ЧССР № 173220, кл. С 11 С 3/02, опублик. 1978.
2. Патент ФРГ № 2446151, кл. С 07 F 9/09, опублик. 1976 (прототип).

Составитель М. Красновская

Редактор Л. Веселовская

Техред А. Ач

Корректор Г. Решетник

Заказ 2880/6

Тираж 390

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4